

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-093610

(43)Date of publication of application : 29.03.2002

(51)Int.Cl.

H01F 1/06

H01F 1/053

H01F 41/02

(21)Application number : 2000-285679

(71)Applicant : AICHI STEEL WORKS LTD

(22)Date of filing : 20.09.2000

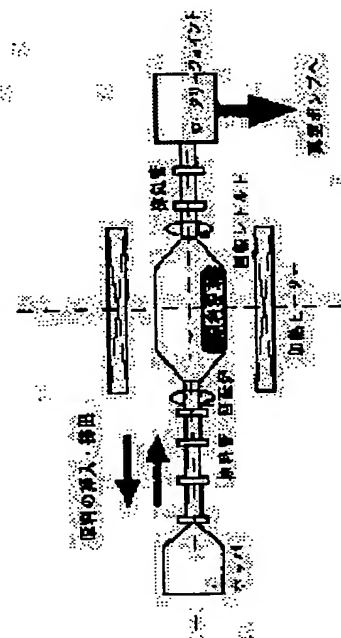
(72)Inventor : MOTOKURA YOSHINOBU
HAMADA NORIHIKO
MISHIMA CHISATO

(54) METHOD OF MANUFACTURING ANISOTROPIC MAGNET POWDER, MATERIAL POWDER OF ANISOTROPIC MAGNET POWDER, AND BONDED MAGNET

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method of manufacturing anisotropic magnet powder, which is capable of obtaining a bonded magnet that has a superior permanent demagnetization factor.

SOLUTION: RFeB material (R: rear earth element) is subjected to a low-temperature hydrogenation process, a high-temperature hydrogenation process, and a first exhaust process, through which RFeBHx powder as hydrogenated matter is manufactured, diffusion powder formed of hydrogenated dysprosium is mixed into RFeBHx powder (material powder of anisotropic magnet powder) as the starting material; and the mixture is subjected to a diffusion thermal process and a dehydrogenation process, by which anisotropic magnet powder having high coercive force and superior in anisotropic properties can be obtained. A bonded magnet, formed of the above anisotropic magnet powder, has a superior permanent demagnetization factor.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

08.05.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3452254

[Date of registration]

18.07.2003

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2002-93610
(P2002-93610A)

(43) 公開日 平成14年3月29日 (2002.3.29)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テームコード* (参考)
H 0 1 F 1/06		H 0 1 F 41/02	G 5 E 0 4 0
1/053		1/06	A 5 E 0 6 2
41/02		1/04	H

審査請求 未請求 請求項の数12 O L (全 15 頁)

(21) 出願番号 特願2000-285679(P2000-285679)

(22) 出願日 平成12年9月20日 (2000.9.20)

(71) 出願人 000116655

愛知製鋼株式会社

愛知県東海市荒尾町ワノ割1番地

(72) 発明者 本蔵 義信

愛知県東海市荒尾町ワノ割1番地 愛知製
鋼株式会社内

(72) 発明者 濱田 典彦

愛知県東海市荒尾町ワノ割1番地 愛知製
鋼株式会社内

(74) 代理人 100081776

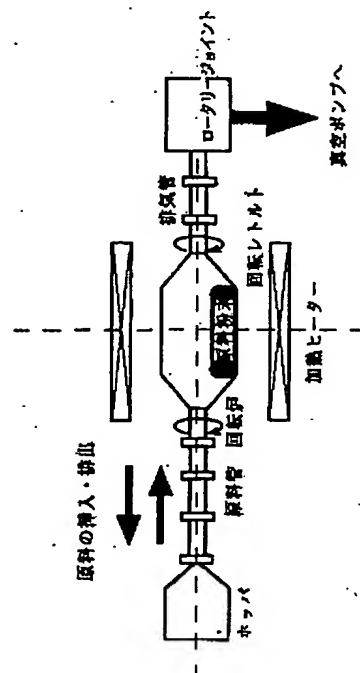
弁理士 大川 宏

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 異方性磁石粉末の製造方法、異方性磁石粉末の原料粉末およびボンド磁石

(57) 【要約】

【課題】 永久減磁率に優れるボンド磁石を得ることができる、異方性磁石粉末の製造方法等を提供する。

【解決手段】 R F e B 系材料 (R : 希土類元素) に低温水素化工程、高温水素化工程および第1排気工程を施してその水素化物である R F e B H_x 粉末を製造し、この出発原料となる R F e B H_x 粉末 (異方性磁石粉末の原料粉末) にジスプロシウム水素化物等からなる拡散粉末を混合し、さらに、拡散熱処理工程、脱水素工程を施すと、保磁力と異方化率に優れる異方性磁石粉末が得られる。そして、この異方性磁石粉末からなるボンド磁石は、永久減磁率に優れる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 イットリウム (Y) を含む希土類元素 (以下、「R」と称する。) とホウ素 (B) と鉄 (Fe) とを主成分とする RFeB 系材料の水素化物 (RFeBH₂) 粉末と、ジスプロシウム (Dy) とテルビウム (Tb) とネオジム (Nd) とプラセオジム (Pr) とよりなる元素群中の1種以上の元素 (以下、「R1元素」と称する。) の単体、合金、化合物またはそれら (単体、合金、化合物) の水素化物からなる拡散粉末とを混合する混合工程と、

該混合工程後に該R1元素を該RFeBH₂粉末の表面および内部に均一に拡散させる拡散熱処理工程と、該拡散熱処理工程後の混合粉末から水素を除去する脱水素工程 (第2排気工程) と、

からなることを特徴とする異方性磁石粉末の製造方法。

【請求項2】 前記R1元素の合金、化合物またはそれら (合金、化合物) の水素化物は、3d遷移元素と4d遷移元素とからなる元素群中の1種以上の元素 (以下、「TM元素」と称する。) を含み、

前記拡散熱処理行程は、該R1元素と共に該TM元素を該RFeBH₂粉末の表面および内部に均一に拡散させるものである請求項1記載の異方性磁石粉末の製造方法。

【請求項3】 前記RFeBH₂粉末は、前記RFeB系材料を600℃以下の水素ガス雰囲気中に保持する低温水素化工程と、該低温水素化工程後のRFeB系材料を水素圧力が0.1～0.6MPaで750～850℃の水素ガス雰囲気中に保持する高温水素化工程と、該高温水素化工程後のRFeB系材料を水素圧力が0.1～6.0kPaで750～850℃の水素ガス雰囲気中に保持する第1排気工程と、により製造されるものである請求項1記載の異方性磁石粉末の製造方法。

【請求項4】 前記拡散粉末は、ジスプロシウム水素化物粉末、ジスプロシウムコバルト粉末、ネオジム水素化物粉末またはネオジムコバルト粉末のいずれかである請求項1または2記載の異方性磁石粉末の製造方法。

【請求項5】 前記混合工程は、混合粉末全体を100mol%としたときに前記拡散粉末を0.1～3.0mol%混合する工程である請求項1記載の異方性磁石粉末の製造方法。

【請求項6】 前記拡散熱処理工程は、400～900℃の酸化防止雰囲気で行う工程である請求項1または2記載の異方性磁石粉末の製造方法。

【請求項7】 前記脱水素工程 (第2排気工程) は、750～850℃で1Pa以下の真空雰囲気で行う工程である請求項1記載の異方性磁石粉末の製造方法。

【請求項8】 前記RFeB系材料は、鉄を主成分とし、該RFeB系材料全体を100原子%としたときに、11～15原子%のRと、5.5～8原子%のBとを含む請求項1記載の異方性磁石粉末の製造方法。

【請求項9】 前記Rは、ネオジム (Nd) である請求項8記載の異方性磁石粉末の製造方法。

【請求項10】 前記RFeB系材料は、さらに、ガリウム (Ga) とニオブ (Nb) とのいずれか一方または両方を含む請求項1記載の異方性磁石粉末の製造方法。

【請求項11】 イットリウム (Y) を含む希土類元素 (R) とホウ素 (B) と鉄 (Fe) とを主成分とする RFeB 系材料の水素化物 (RFeBH₂) 粉末からなり、該RFeBH₂粉末の平均結晶粒径が0.1～1.0μmであることを特徴とする異方性磁石粉末の原料粉末。

【請求項12】 イットリウム (Y) を含む希土類元素 (R) とホウ素 (B) と鉄 (Fe) とを主成分とし残留磁束密度 (Br) と飽和磁束密度 (Bs) との比で表される異方化率 (Br/Bs) が0.75以上であると共に平均結晶粒径が0.1～1.0μmである異方性磁石粉末から成形され、永久減磁率が15%以下であることを特徴とするボンド磁石。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、異方性磁石粉末の製造方法、異方性磁石粉末の原料粉末とその製造方法並びにボンド磁石に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 磁石は、各種モータ等、我々の周囲にある多くの機器で使用されているが、最近の軽薄短小化や機器の高効率化等により、より強力な永久磁石が求められている。このような永久磁石として、Nd₂Fe₁₄B等を主成分とする希土類磁石 (RFeB系磁石) が注目されており、その用途範囲は益々、拡大傾向にある。例えば、自動車のエンジンルーム内に配設される各種機器のモータ用磁石として、使用が検討されている。ただ、エンジンルーム内は100℃を超える高温にもなるため、そのような磁石には、優れた耐熱性が望まれる。

【0003】 ところが、その原料となる異方性磁石粉末 (RFeB系磁石粉末) は温度依存性 (温度係数) が大きいため、耐熱性に劣り、特に、高温域における保磁力の低下が大きい。しかも、その温度依存性を改善することも、現状、困難である。そこで、予め大きな保磁力 (iHc) をもつ異方性磁石粉末を用いて磁石を製造し、高温域でも十分な保磁力を確保することが考えられる。そして、そのような異方性磁石粉末およびその製造方法が、特開平9-165601号公報や特開2000-96102号公報等に開示されている。

【0004】 ①具体的には、特開平9-165601号公報に、RFeB系合金溶製中に微量のDyを添加したインゴットを製作し、HDDR (水素処理法: hydrogenation-decomposition-recombination) 法

10

20

30

40

50

により、平均結晶粒径 $0.05 \sim 1 \mu\text{m}$ の異方性磁石粉末を得る製造方法が開示されている。しかし、本発明者がこの異方性磁石粉末を実際に作製してみると、微量のDyの添加しか許されないため、安定した保磁力が得られず、量産化も困難であった。また、この製造方法で得られる異方性磁石粉末の保磁力も、高々 16 kOe (1272 kA/m)程度である。一般に、異方性磁石粉末は、保磁力 $i\text{HC}$ と、残留磁束密度(B_r)と飽和磁束密度(B_s)との比で表される異方化率(B_r/B_s)との両方が大きい程好ましい。しかし、Dy等の添加は保磁力の向上に有効なものの、HDDR反応を鈍化させるため、異方化率の低下を招く。このため、それらの両立を図ることは、従来、困難であった。

【0005】②一方、特開2000-96102号公報には、既に製造された異方性磁石粉末に、Dy等の合金粉末を混合し、その混合粉末を真空または不活性ガス雰囲気中で熱処理して、その異方性磁石粉末の表面にDyを薄くコーティングする異方性磁石粉末の製造方法が開示されている。この方法によれば、適量のDyが粉末表面にコーティングされるため、保磁力が 18 kOe (1432 kA/m)程度に向上し、異方化率にも優れた異方性磁石粉末が得られる。しかし、この製造方法では、 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 等からなる異方性磁石粉末を出発原料としているため、Dyをコーティングする際に酸化をコントロールすることが難しく、コーティング後の異方性磁石粉末の性能、品質にバラツキを生じる。その結果、その異方性磁石粉末から成形した磁石は、後述の永久減磁率にもバラツキを生じ、安定した耐熱性をもつ永久磁石が得られなかった。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、このような事情に鑑みてなされたものである。つまり、保磁力および永久減磁率に優れた磁石を生産性良く、安定した品質で得られる異方性磁石粉末の製造方法を提供することを目的とする。また、その異方性磁石粉末の製造に好適な、異方性磁石粉末の原料粉末とその製造方法を提供することを目的とする。さらに、永久減磁率に優れたボンド磁石を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】(1)本発明者は、この課題を解決すべく鋭意研究し、試行錯誤を繰返すと共に各種系統的实验を重ねた結果、 RFeBH_4 系材料の水素化物粉末とDy等のR1元素を含む拡散粉末とを混合後に、拡散熱処理を行うことで、酸化を抑制しつつ、Dy等が表面および内部に均一に拡散した異方性磁石粉末が得られることを発見し、本発明の異方性磁石粉末の製造方法を開発するに至ったものである。

【0008】すなわち、本発明の異方性磁石粉末の製造方法は、イットリウム(Y)を含む希土類元素(以下、「R」と称する。)とホウ素(B)と鉄(Fe)とを主

成分とする RFeBH_4 系材料の水素化物(RFeBH_4)粉末と、ジスプロシウム(Dy)とテルビウム(Tb)とネオジム(Nd)とプラセオジム(Pr)とよりなる元素群中の1種以上の元素(以下、「R1元素」と称する。)の単体、合金、化合物またはそれら(単体、合金、化合物)の水素化物からなる拡散粉末とを混合する混合工程と、該混合工程後に該R1元素を該 RFeBH_4 粉末の表面および内部に均一に拡散させる拡散熱処理工程と、該拡散熱処理工程後の混合粉末から水素を除去する脱水素工程(第2排気工程)と、からなることを特徴とする。

【0009】混合工程で RFeBH_4 粉末と拡散粉末とが混合される際、 RFeBH_4 粉末は、水素を含有しているため、従来の RFeB 系粉末等と較べて、RまたはFeが非常に酸化され難い状態にある。このため、次の拡散熱処理工程において、酸化が十分に抑制された状態で、Dy、Tb、Nd、Pr(R1元素)が RFeBH_4 粉末の表面および内部に拡散していく。なお、R1元素の RFeBH_4 粉末内部への拡散は、結晶粒界への拡散(粒界拡散)と結晶粒内への拡散とにより、素早く進行し、R1元素が均一に添加される。

【0010】また、原料粉末である RFeBH_4 粉末が酸化され難いため、酸化を防止しつつR1元素の拡散を行え、保磁力の大きな異方性磁石粉末が安定した品質で得られる。そして、この製造方法により得られた異方性磁石粉末を用いてボンド磁石を成形すると、例えば、永久減磁率の大きなボンド磁石を得ることができる。ここで、永久減磁とは、サンプル(試料)磁石を最初に着磁したときの初期磁束と、そのサンプル磁石を 120°C の大気雰囲気中で1000時間放置した後に再着磁したときの磁束との差であり、再着磁しても回復しない磁束をいう。そして、永久減磁率とは、その永久減磁の初期磁束に対する割合をいう。

【0011】(2)また、本発明者は、このような異方性磁石粉末を製造する上で好適な、 RFeBH_4 粉末を開発し、本発明の異方性磁石粉末の原料粉末を為すに至った。すなわち、本発明の異方性磁石粉末の原料粉末は、イットリウム(Y)を含む希土類元素(R)とホウ素(B)と鉄(Fe)とを主成分とする RFeB 系材料の水素化物(RFeBH_4)粉末からなり、該 RFeBH_4 粉末の平均結晶粒径が $0.1 \sim 1.0 \mu\text{m}$ であることを特徴とする。

【0012】この RFeBH_4 粉末からなる原料粉末を用いることにより、例えば、前述の異方性磁石粉末を容易に製造することができる。ここで、平均結晶粒径を $0.1 \sim 1.0 \mu\text{m}$ としたのは、平均結晶粒径が $0.1 \mu\text{m}$ 未満の RFeBH_4 粉末を製造することは容易ではないからである。また、平均結晶粒径が $1.0 \mu\text{m}$ を超える RFeBH_4 粉末では、得られる異方性磁石粉末の保磁力が低下してしまうからである。

10

20

30

40

50

【0013】なお、平均結晶粒径とは、TEM（電子顕微鏡）を用いて観測し、 RFeBH_4 粉末を構成する結晶粒について、2次元画像処理を行い、各結晶粒と等しい面積をもつ等価円を想定し、その平均径を求めたものである。また、前述の異方性磁石粉末およびこの異方性磁石粉末の原料粉末は、その粒形状や粒径が特に限定されるものではなく、微粉末でも粗粉末でも良い。また、 RFeB 系材料が粉末状であれば、別途、粉碎等を行う粉末化工程を設ける必要はないが、粉末化工程を追加すると、粒径等の均一な異方性磁石粉末やその原料粉末を得ることができる。

【0014】(3)さらに、本発明者は、例えば、前述の異方性磁石粉末を用いて、永久減磁率に優れる本発明のボンド磁石を開発した。すなわち、本発明のボンド磁石は、イットリウム(Y)を含む希土類元素(R)とホウ素(B)と鉄(Fe)とを主成分とし残留磁束密度(B_r)と飽和磁束密度(B_s)との比で表される異方化率(B_r/B_s)が0.75以上であると共に平均結晶粒径が0.1~1.0 μm である異方性磁石粉末から成形され、永久減磁率が15%以下であることを特徴とする。

【0015】このボンド磁石は、結晶粒径が微細で異方化率に優れる異方性磁石粉末からなるため、磁気特性に優れると共に、永久減磁率が15%以下と低いため、耐熱性にも優れる。

【0016】なお、永久減磁率が15%を超えるボンド磁石は、耐熱性が劣り、高温環境下での長期使用に適さない。また、異方化率は B_r と B_s との比で表されるが、 B_s は異方性磁石粉末の組成割合(体積%)により決まるものである。例えば、異方性磁石粉末が $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ のみからなる場合、 $B_s=1.6\text{T}$ とすることが妥当であるのに対し、Dy等が添加されると、 B_s がフェリー磁性のため低下することから、 $B_s=1.4\text{T}$ と仮定した。

【0017】(4)なお、本発明者は、この RFeBH_4 粉末を製造する上で好適な、本発明の異方性磁石粉末の原料粉末の製造方法も開発するに至った。すなわち、本発明の異方性磁石粉末の原料粉末の製造方法は、イットリウム(Y)を含む希土類元素(R)とホウ素(B)と鉄(Fe)とを主成分とする RFeB 系材料を600℃以下の水素ガス雰囲気中に保持する低温水素化工程と、該低温水素化工程後の RFeB 系材料を水素圧力が0.1~0.6MPaで750~850℃の水素ガス雰囲気中に保持する高温水素化工程と、該高温水素化工程後の RFeB 系材料を水素圧力が0.1~6.0kPaで750~850℃の水素ガス雰囲気中に保持する第1排気工程と、からなることを特徴とする。

【0018】適切な条件下に制御された低温水素化工程、高温水素化工程および第1排気工程を経ることにより、 RFeB 系材料は組織変態を起こし、結晶粒の均質

微細化が図られると共に高い異方性が付与された RFeBH_4 粉末が得られる。

【0019】

【発明の実施の形態】以下に、本発明に係る実施形態を挙げて、本発明を詳細に説明する。

(1) RFeB 系材料

RFeB 系材料は、Yを含む希土類元素RとBとFeとを主成分とするものである。より具体的には、この RFeB 系材料は、 $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ を主相とするインゴット等である。Rは、Yを含む希土類元素であるが、Rは1種類の元素に限らず、複数種類の希土類元素を組合わせたり、主となる元素の一部を他の元素で置換等したのもも良い。具体的なRとして、Yの他、ランタン(La)、セリウム(Ce)、プラセオジム(Pr)、ネオジム(Nd)、サマリウム(Sm)、ガドリニウム(Gd)、テルビウム(Tb)、ジスプロシウム(Dy)、ホルミウム(Ho)、エルビウム(Er)、ツリウム(TM元素)、ルテチウム(Lu)から1種以上選択すると良い。

【0020】特に、Rは、ネオジム(Nd)であると、好適である。磁性特性に優れた、 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 等のNd FeB 系材料が得られ、また、材料の供給も安定しているからである。

【0021】また、 RFeB 系材料は、鉄を主成分とし、 RFeB 系材料全体を100原子%(at%)としたときに、11~15at%のRと、5.5~8at%のBとを含むと、好適である。Rが11at%未満では αFe 相が析出して磁気特性が低下し、15at%を超えると $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相が減少し磁気特性が低下する。また、Bが5.5at%未満では、軟磁性の $\text{R}_2\text{Fe}_{11}\text{B}$ 相が析出して磁気特性が低下し、8.0at%を超えると $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相が減少し磁気特性が低下するからである。

【0022】また、 RFeB 系材料は、さらに、ガリウム(Ga)とニオブ(Nb)とのいずれか一方を含むと、好適である。さらに、両方を複合添加すると、より一層好適である。Gaは、異方性磁石粉末の保磁力*iH_C*の向上に効果的な元素である。特に、 RFeB 系材料全体を100at%としたときに、Gaを0.01~2at%含むと好適である。0.01at%未満では十分な保磁力の向上が得られず、2at%を超えると逆に保磁力の減少を招くからである。

【0023】Nbは、残留磁束密度 B_r の向上に有効な元素である。特に、 RFeB 系材料全体を100at%としたときに、Nbを0.01~1at%含むと好適である。0.01at%未満では十分な残留磁束密度 B_r の向上が得られず、1at%を超えると、高温水素化工程における水素反応が鈍化するためである。なお、GaとNbとを複合添加すると、異方性磁石粉末の保磁力と異方化率との両方の向上を図れ、その最大エネルギー積

(BH) maxを増加させることができる。また、RFeB系材料は、Coを含有しても良い。

【0024】Coは、異方性磁石粉末のキュリー点の向上に有効な元素であり、特に、RFeB系材料全体を100at%としたときに、Coを20at%以下含むと好適である。

【0025】その他、RFeB系材料は、Ti、V、Zr、Ni、Cu、Al、Si、Cr、Mn、Zn、Mo、Hf、W、Ta、Sn、のうち1種または2種以上を含有しても良い。これらの元素を含有することにより、異方性磁石粉末から製作される磁石の保磁力、角形性を改善することができる。そして、これらの元素は、合計で3at%以下とすることが好ましい。3at%を超えると、析出相などが現れ、保磁力の低下を招くからである。

【0026】RFeB系材料は、例えば、種々の溶解法（高周波溶解法、核溶解法等）により溶解、鑄造したインゴットやストリップキャスト法で製作したストリップを原料として用いることができる。また、RFeB系材料は、インゴットやストリップ等を粉砕した粗粉末または微粉末であると、HDDR処理が均一に進行して好ましい。この粉砕には、一般的な水素粉砕や機械粉砕等を用いることができる。

【0027】(2) RFeBH₂粉末

RFeBH₂粉末は、上述したRFeB系材料の水素化物(RFeBH₂)の粉末である。但し、この水素化物(RFeBH₂)は、水素が化学結合している場合に限らず、水素が固溶状態にある場合も含むものである。このRFeBH₂粉末は、例えば、前述したように、RFeB系材料に所定の低温水素化工程、高温水素化工程、第1排気工程を施して得ることができる。

【0028】なお、RFeB系材料として粉末を用いても良いし、水素化物(RFeBH₂)の製造途中または製造後に適宜、粉砕または粉末化する粉末化工程を追加しても良い。さらには、粉末化工程を後述の混合工程に含めても良い。以下に、本発明の異方性磁石粉末の原料粉末(RFeBH₂粉末)の製造方法について説明する。

【0029】①低温水素化工程

低温水素化工程は、RFeB系材料を600℃以下の水素ガス雰囲気中に保持して、RFeB系材料に水素を吸蔵させる工程である。この低温水素化工程によりRFeB系材料に水素が吸蔵されることにより、後続の高温水素化工程における順組織変態の反応速度の制御が容易となる。

【0030】水素ガス雰囲気を600℃以下としたのは、600℃を超えると、RFeB系材料が部分的に組織変態を起し、組織が不均一となり、好ましくないからである。また、水素圧力は特に拘らないが、例えば、0.1MPa程度とすると、装置的にも経済的にも好ま

しい。また、0.03~0.1MPaとしても良い。水素圧力を0.03MPa以上とすることにより、RFeB系材料への水素吸蔵に要する時間を短縮でき、0.1MPa以内とすることにより、一層経済的に水素吸蔵を行い得る。なお、このときの水素ガス雰囲気は、水素ガスのみならず、例えば、水素ガスと不活性ガスとの混合ガス雰囲気であっても良い。また、このときの水素圧力は、水素ガスの分圧となる。このことは、高温水素化工程や第1排気工程においても同様である。

【0031】②高温水素化工程

高温水素化工程は、その低温水素化工程後のRFeB系材料を水素圧力が0.1~0.6MPaで750~850℃の水素ガス雰囲気中に保持する工程である。この高温水素化工程により、低温水素化工程後のRFeB系材料の組織は、三相分解(αFe相、RH₂相、Fe₂B相)される。そして、RFeB系材料は、上述の低温水素化工程において、既に水素を吸蔵しているため、水素圧力を抑えつつ、組織変態反応を穏やかに進行させることができる。

【0032】ここで、水素圧力を0.1~0.6MPaとしたのは、水素圧力が0.1MPa未満では、反応速度が低く、未変態組織が残存して保磁力の低下を招くからである。一方、水素圧力が0.6MPaを超えると、反応速度が高くなり、異方化率の低下を招くからである。また、このときの水素ガス雰囲気の温度を760~860℃としたのは、760℃未満では、三相分解組織が不均一となって、異方性磁石粉末としたときに保磁力の低下を招くからである。また、860℃を超えると、結晶粒が粗大化して、やはり保磁力の低下を招く。

【0033】③第1排気工程

第1排気工程は、高温水素化工程後のRFeB系材料を水素圧力が0.1~6.0kPaで750~850℃の水素ガス雰囲気中に保持する工程である。この第1排気工程により、前述の三相分解中のRH₂相から水素が除去され、Fe₂B相の結晶方位が転写させた多結晶が再結合した水素化物(RFeBH₂)が得られる。

【0034】ここで、水素圧力を0.1~6.0kPaとしたのは、0.1kPa未満では、Brの低下を招き、水素が完全に抜けてしまって酸化防止効果が得られないからである。また、6.0kPaを超えると、上述の逆変態が不十分となり、異方性磁石粉末としたときに高保磁力が得られないからである。また、温度を750~850℃としたのは、結晶粒の粗大化を回避しつつ逆変態反応を適切に進行させるためである。なお、前述の高温水素化工程と第1排気工程とを略同温度で行えば、水素圧力の変更のみで高温水素化工程から第1排気工程に移行できる。

【0035】④粉末化工程

粉末化工程は、RFeB系材料やRFeB系材料の水素化物(RFeBH₂)を粉砕してRFeBH₂粉末を得る

10

20

30

40

50

工程である。この粉碎には、乾式若しくは湿式の粉碎装置（ジョークラッシャ、ディスクミル、ボールミル、振動ミル等）等を用いることができる。

【0036】このRFeBH₄粉末は、平均粒径で50～200μm、であると、好適である。50μm未満のRFeBH₄粉末を得ることは経済的でなく、また、200μmを超えるRFeBH₄粉末では、拡散粉末と均一に混合できないからである。なお、平均粒径は、サイズの定ったふるいで分級することにより、求めることができる（後述の拡散粉末も同様である）。

【0037】（3）拡散粉末

拡散粉末は、Dy、Tb、Nd、Pr（R1元素）とよりなる元素群中の1種以上の元素の単体、合金、化合物またはそれら（単体、合金、化合物）の水素化物からなる粉末である。

【0038】そして、このR1元素の合金、化合物またはそれら（合金、化合物）の水素化物が、3d遷移元素と4d遷移元素とからなる元素群中の1種以上の元素

（TM元素）を含み、拡散熱処理行程で、R1元素と共にTM元素がRFeBH₄粉末の表面および内部に均一に拡散するようにすると、より好適である。これらの拡散粉末を用いると、R1元素やTM元素の拡散により、保磁力の向上や永久減磁率の低下を図ることができる。なお、3d遷移元素は、原子番号21（Sc）～原子番号29（Cu）であり、4d遷移元素は、原子番号39（Y）～原子番号47（Ag）であるが、特に、8族のFe、Co、Niが磁気特性の向上を図る上で有効である。

【0039】また、拡散粉末は、R1元素の単体、合金、化合物、またはそれら（R1元素の単体、合金、化合物）の水素化物からなる粉末と、TM元素の単体、合金または化合物、またはそれら（TM元素の単体、合金、化合物）の水素化物からなる粉末とを別々に用意しておき、これらを混合、添加したものでも良い。なお、上述の化合物は、全て、金属間化合物も含む。なお、ここでいう水素化物も、水素を固溶状態で含んでいても良い。

【0040】また、拡散粉末が、ジスプロシウム水素化物粉末、ジスプロシウムコバルト粉末、ネオジム水素化物粉末またはネオジムコバルト粉末のいずれかであると、好適である。特に、R1元素としてDyやNdを用いると、異方性磁石粉末としたときの保磁力が向上し、また、TM元素としてCoを含むと、異方性磁石粉末のキュリー点の向上を図ることができる。

【0041】また、拡散粉末は、平均粒径が0.1～500μmであると、好適である。0.1μm未満の拡散粉末を得ることは困難である一方、500μmを超える拡散粉末では、前述のRFeBH₄粉末と均一に混合させることが困難だからである。特に、1～50μmであると、RFeBH₄粉末と均一に混合でき、好ましい。

【0042】また、拡散粉末は、R1元素（およびTM元素）の単体、合金または化合物を一般的な水素粉碎や乾式若しくは湿式の機械粉碎（ジョークラッシャ、ディスクミル、ボールミル、振動ミル、ジェットミル等）等により、得ることができる。もともと、水素粉碎を用いると効率的である。このため、前述の拡散粉末が水素化物からなる粉末であると、特に好ましい。R1元素の単体、合金、化合物を水素粉碎する際に、自動的に水素化物が得られるからである。

10 【0043】（4）混合工程

混合工程は、RFeBH₄粉末と拡散粉末とを混合する工程である。このときの混合には、ヘンシェルミキサ、ロッキングミキサ、ボールミル等を用いることができる。

【0044】異方性磁石原材料と拡散粉末とを均一に混合するために、粉碎、分級等を適宜行くと良い。また、分級を行うことにより、ポンド磁石等の成形が容易となる。この混合工程は、酸化防止雰囲気（例えば、不活性ガス雰囲気や真空雰囲気）で行われると、異方性磁石粉末の酸化が一層抑制されて、好ましい。

20

【0045】また、この混合工程は、混合粉末全体を100mol%としたときに拡散粉末を0.1～3.0mol%混合する工程であると、好適である。両者の混合割合を適切に調整することにより、高保磁力であると共に高異方化率が図られ、永久減磁率に優れた異方性磁石粉末が得られる。

【0046】（5）拡散熱処理工程

拡散熱処理工程は、混合工程後にR1元素やTM元素をRFeBH₄粉末の表面および内部に均一に拡散させる熱処理工程である。また、そのR1元素が酸素ゲッタとして機能し、異方性磁石粉末若しくはそれからなる磁石の酸化を抑制する。このため、高温環境下で磁石が使用される場合でも、酸化による磁石の性能劣化を有効に抑制、防止できる。

【0047】この拡散熱処理工程は、400～900℃の酸化防止雰囲気（例えば、真空雰囲気中）で行うと、好適である。400～900℃としたのは、400℃未満では、R1元素やTM元素の拡散速度が遅く、900℃を超えると、結晶粒の粗大化を招くからである。

40

【0048】（6）脱水素工程（第2排気工程）

脱水素工程は、拡散熱処理工程後の混合粉末から水素を除去する工程である。この脱水素工程は、750～850℃で1Pa以下の真空雰囲気で行う工程であると、好適である。

【0049】750～850℃としたのは、750℃未満では、残留水素の除去される速度が低く、850℃を超えると、結晶粒の粗大化を招くからである。なお、前述の拡散熱処理工程と脱水素工程とを略同温度で行えば、拡散熱処理工程から脱水素工程に、容易に移行できる。また、1Pa以下としたのは、1Paを超えると、

50

水素が残留し、異方性磁石粉末にしたときに、その保磁力が低下するからである。なお、この脱水素工程後に急冷すれば、結晶粒の成長が防止され、好ましい。

【0050】(7) その他

前述の異方性磁石粉末を用いて、焼結磁石やボンド磁石を得ることができる。特に、ボンド磁石は、異方性磁石粉末に、熱硬化性樹脂、熱可塑性樹脂、カップリング剤、滑剤等を添加混練した後、圧縮成形、押出し成形、射出成形等して製造できる。

【0051】

【実施例】以下、実施例を挙げて、本発明について具体的に説明する。本発明に係る実施例(試料No. 1-1~5-3)である異方性磁石粉末の原料粉末、異方性磁石粉末およびボンド磁石を、次のように製した。

【0052】(実施例1)(試料No. 1-1~1-4)

(1) 異方性磁石粉末の原料粉末の製造

① RFeB系材料(供試材A)

表1に示す組成Aとなるように、原料合金や原料元素を秤量し、高周波溶解炉を用いて溶解して、100kgのインゴットを製した。なお、表1は、全体を100at%としたときの各元素の含有量をat%で示したものである。この合金インゴットに、Arガス雰囲気中で1140℃×40時間の熱処理を施し、合金インゴットの組織を均質化した。さらに、この均質化処理後の合金インゴットをジョークラッシュャを用いて、平均粒径10mm以下に粗粉碎して、RFeB系材料である供試材とした。

【0053】② 低温水素化工程

この粗粉碎したRFeB系材料(粗粉碎物)を10kgとり、図1に示す水素処理炉の低温水素処理室に投入し、密閉した。そして、室温×0.1MPa×1時間の低温水素化条件(この条件は、全ての低温水素化工程に共通)の下で保持した。なお、水素を導入する前に、低温水素処理室内を真空引きした。

【0054】③ 高温水素化工程

低温水素化工程に続いて、水素を吸蔵させた粗粉末を大気に曝すことなく、低温水素処理室から高温水素処理室に移し、表2に示す高温水素化条件の下で保持した。なお、この高温水素処理室には、水素ガス供給部と水素排気部(第1排気系と第2排気系)と加熱ヒーターと熱補償(熱バランス)機構とが設けられており、これらを用いて水素ガス雰囲気調整することにより、順組織変態反応の速度を制御した。

【0055】④ 第1排気工程

高温水素化工程に続いて、高温水素処理室から第1排気系を通じて水素等を排気し、表2に示す排気条件下で保持した。このとき、第1排気系に設けた流量調整バルブ(マスフローメーター)や前述の加熱ヒーター等を用いて水素ガス雰囲気を調整することにより、逆組織変態反応

の速度を制御した。その後、冷却室へ移し、原料を冷却して取出した。こうして、供試材Aの水素化物を製造し、異方性磁石粉末の原料粉末であるRFeBH₄粉末とした。このとき得られたRFeBH₄粉末の粒径は、使用原料により多少異なるものの、30μm~1mm程度であった。

【0056】(2) 異方性磁石粉末の製造

① 混合工程

得られたRFeBH₄粉末に、表2に示す拡散粉末(平均粒径:5μm)を添加して、同表に示す条件の下で混合した。なお、表2に示した拡散粉末の添加割合は、RFeBH₄粉末と拡散粉末とを合わせた全体を100mol%としたときのmol%である。なお、表2中の「Dy(Nd)70Co30」は、拡散粉末全体を100at%としたときに、Dy(Nd)とCoとの含有割合がそれぞれ70at%と30at%であることを示す(以下、同様)。なお、ここで使用した拡散粉末は、前述のRFeB系材料と同様の溶製手法を用いて製造したインゴットから得た。

【0057】② 拡散熱処理工程

混合工程後、10⁻²Pa以下の真空雰囲気中で、表2に示す熱処理条件下で拡散熱処理を行った。

【0058】③ 脱水素工程(第2排気工程)

拡散熱処理工程に続いて、さらに真空排気を行い、最終真空度が10⁻⁴Pa程度となる状態で、表2に示す脱水素工程を行い、(Dy)Nd₂F₁₄BH₄内に残存する水素を十分に除去した。さらに、この脱水素工程後に得られた供試材を冷却室で急冷して、異方性磁石粉末を得た。

【0059】(実施例2)(試料No. 2-1)

実施例1と同組成(組成A)であるストリップを、ストリップキャスト法により鑄造して製造し、これを供試材とした。この供試材に実施例1と同様の工程を、表2に示す条件下で施し、異方性磁石粉末を製造した。

【0060】(実施例3)(試料No. 3-1~3-3)

表1に示す組成BからなるRFeB系材料を供試材として用い、その他は実施例1と同様に、表2に示す条件に基づいて、異方性磁石粉末を製造した。

【0061】(実施例4)(試料No. 4-1~4-3)

表1に示す組成CのRFeB系材料を供試材として用い、その他は実施例1と同様に、表2に示す条件下で異方性磁石粉末を製造した。組成Cは、Coを含むため、例えば、試料No. 4-1をVSM(Vibrating Sample Magnetometer)で測定したところ、そのキュリー点は350℃まで上昇した。次に、本発明に係る実施例と比較するために、実施例1と同様に、以下に示す比較例1~5に係る供試材を製した。但し、実施例1とそれぞれの比較例とは、処理条件

等が部分的に異なる。

【0062】(比較例1)(試料No. C-1)

実施例1と異なり、拡散粉末を添加、混合せずにRFeB系材料である供試材に表3に示す条件の下で、低温水素化工程、高温水素化工程、第1排気工程、脱水素工程を順次行って、異方性磁石粉末を製造した。

【0063】(比較例2)(試料No. C-2)

実施例1と異なり、拡散粉末の添加割合を3mol%を超える4mol%とした。その他は、実施例1と同様である。

【0064】(比較例3)(試料No. C-3)

実施例1に対して、拡散熱処理工程と脱水素工程との雰囲気温度をそれぞれ350℃と700℃とに低く設定したものである。

【0065】(比較例4)(試料No. C-4)

実施例1に対して、拡散熱処理工程と脱水素工程との雰囲気温度をそれぞれ950℃と900℃とに高く設定したものである。

【0066】(比較例5)(試料No. C-5)

実施例1に対して、出発原料を変更して異方性磁石粉末を製造した。つまり、実施例1と同様の組成をもつRFeB系材料に、表3に示す条件の下で、低温水素化工程、高温水素化工程、第1排気工程、脱水素工程を順次行って得た粉末を出発原料(粉末)とした。すなわち、微細結晶粒をもつ水素化物からなる粉末ではなく、水素を含有していない微細結晶粒をもつ粉末を出発原料とした場合である。その後、この原料粉末に、表3に示す条件の下で、実施例1(試料No. 1-1)と同様の拡散粉末を添加して混合工程および拡散熱処理工程を行い、異方性磁石粉末を製造した。

【0067】(比較例6)(試料No. C-6)

実施例と異なり、最初からDyをRFeB系材料に添加して表1中の組成Dとなるインゴットを製作し、そのインゴットから得た粉末を原料粉末としたものである。この原料粉末に、表3に示す条件の、高温水素化工程、第1排気工程、脱水素工程(第2排気工程)を順次行って、異方性磁石粉末を製造した。

【0068】(比較例7)(試料No. C-7)

比較例6の組成Dを、表1に示す組成Eに変更して、比較例6と同様に異方性磁石粉末を製造した。

【0069】(ボンド磁石) 上述の実施例および比較例により得た異方性磁石粉末を用いて、それぞれボンド磁石を製造した。つまり、各異方性磁石粉末を磁場中(1200kA/m)で温間成形して7mm角の成形体を製造し、約3600kA/m(45kOe)の磁場中で着磁して、ボンド磁石とした。なお、異方性磁石粉末には、3質量%に相当するエポキシ樹脂を添加混練した。

【0070】(評価)

(1) 測定

①上述の実施例および比較例において得られた各異方性磁石粉末について、室温での最大エネルギー積(BH)_{max}、残留磁束密度B_r、保磁力iH_C、異方化率B_r/B_sを表4に示す。これらの磁気特性は、各異方性磁石粉末を75~105μmに分級してVSMで測定したものである。なお、飽和磁束密度B_sは、拡散粉末を添加しなかった比較例1の場合のみB_s=1.6Tとし、その他の場合は、一律B_s=1.4Tとした。

【0071】②また、各異方性磁石粉末から製造したボンド磁石について、永久減磁率を求めた。この永久減磁率は、まず、約3600kA/mで着磁したときの(初期)磁束(残留磁束密度)を測定しておき、次いで高温槽で120℃×1000時間保持した後に再着磁し、その後の磁束を再度測定して、それら両磁束から求めた。

【0072】③さらに、実施例1の試料No. 1-1(表2)の異方性磁石粉末について、EPMA(Electron Probe Microanalyser)観察を行った結果を図3に示す。図3は、その粉末(測定粒度:75/106μm)のDyについて分析した、EPMAの結果を示したものである。なお、この観察は、粉末を樹脂に埋込み、鏡面研磨した後に観察したものである。

【0073】(2) 結果

①表4から、本発明の実施例に係るいずれの異方性磁石粉末も、十分な保磁力iH_Cと共に異方化率(または残留磁束密度B_r)をもつ。また、その異方性磁石粉末からなるボンド磁石も十分に低い永久減磁率をもっていることが解った。

【0074】②一方、比較例1では、拡散粉末が添加されていないために、異方性磁石粉末は十分な保磁力iH_Cをもたず、また、そのボンド磁石の永久減磁率も大きなものであった。また、比較例2では、異方性磁石粉末の保磁力とそのボンド磁石の永久減磁率は共に良好であるが、拡散粉末の添加量が多いため、異方化率が低下してしまい、保磁力と異方化率との両立を図れなかった。また、比較例3および比較例4では、拡散熱処理工程および脱水素工程の処理温度が好ましくないため、著しく保磁力が低く、ボンド磁石としたときの永久減磁率も高いものであった。なお、比較例4では、異方性磁石粉末自体の保磁力が著しく低いため、ボンド磁石は製作するまでもなかった。

【0075】また、比較例5では、脱水素工程まで終了した粉末を出発原料としたために、拡散粉末の混合、拡散に際して、酸化を十分に抑制することはできなかった。このため、同じロットの異方性磁石粉末であっても、上部に位置する異方性磁石粉末と下部に位置する異方性磁石粉末とは、磁気特性が大きく変化した。表4では、上部位置の異方性磁石粉末と下部位置の異方性磁石粉末に関する磁気特性をそれぞれ示した。また、下部に位置する異方性磁石粉末には、磁化曲線上にクニックが

現れ、部分的に酸化していることが解った。すなわち、異方性磁石粉末の表面に吸着された酸素ガスが、その粉末と反応して希土類元素を酸化させたことにより、保磁力 iH_c が低下したと考えられる。この結果、脱水素工程後に拡散粉末を添加して、混合工程、拡散熱処理工程を行っても、酸化を防止できず、しかも、安定した品質の異方性磁石粉末を得ることができないことが解った。

【0076】また、比較例6では、当初からDyをRFeB系材料に含めて、表3に示す適切なHDDR処理を行ったため、保磁力自体は満足できるものであったが、得られた磁石粉末が等方化してしまい、BrおよびBHmaxも著しく低下してしまった。また、比較例7では、比較例6に比べDyの添加量が少ないため、BrおよびBHmaxは満足できるものであったが、保磁力が不十分で、永久減磁率は著しく劣ったものとなった。

【0077】③図3に示したEPMA写真から、R1元素であるDyが異方性磁石粉末の表面および内部に均一に拡散していることが解る。次に、図2に示す装置を用いて異方性磁石粉末を製造した場合を、実施例5として以下に説明する。

【0078】(実施例5) (試料No. 5-1)

実施例2のストリップからなる供試材を用いて、実施例1と同様の工程を表2に示す条件下で行い、異方性磁石*

*粉末の原料粉末(RFeBH₂粉末)を製造した。そして、このRFeBH₂粉末を、図2に示す装置(回転レトルト炉装置)のホッパにそのまま回収して、表2に示す条件の下で、順次、混合工程、拡散熱処理工程、脱水素工程を行った。

【0079】この回転レトルト炉装置は、図2に示すように、原料粉末を投入または回収するホッパと、このホッパに一端が接続されてモータ(図示せず)により回転する回転レトルトと、この回転レトルトの他端で回転レトルトを支持すると共に真空ポンプに接続されたロータリジョイントと、回転レトルトを加熱する加熱ヒータとからなる。回転レトルトは、中央に原料粉末を収納できる回転炉を備え、その一端とホッパとの間を接続する原料管と、回転炉の他端とロータリジョイントとを接続する排気管とからなる。それらは、一体的に回転し、原料粉末は原料管を通じて挿入・排出され、また、回転炉の排気は排気管を通じて真空ポンプにより行われる。そして、図示していないが、回転レトルトの駆動モータ、加熱ヒータ、真空ポンプ等は、パソコン等からなる制御装置によって制御され、設定条件下で各工程が行えるようになっている。

【0080】

【表1】

RFeB系材料	組成 (at %)							備考
	Nd	Ga	Nb	B	Co	Dy	Fe	
A	12.5	0.3	0.2	6.4	—	—	残部	実施例1 (インゴット) 実施例2、6(ストリップ) 比較例1~5(インゴット)
B	12.5	0.5	0.1	6.4	—	—	残部	実施例3 (インゴット)
C	12.5	0.3	0.2	6.4	5.0	—	残部	実施例4 (インゴット)
D	11.5	0.3	0.2	6.4	—	1.0	残部	比較例6 (インゴット)
E	12.1	0.3	0.2	6.4	—	0.4	残部	比較例7 (インゴット)

【0081】

【表2】

試料 No.	試料組成 (mol%)	高温水素化条件			第1排気条件			混合条件			拡散熱処理条件			脱水条件 (第2排気条件)		
		温度 (°C)	圧力 (MPa)	時間 (時間)	温度 (°C)	圧力 (kPa)	時間 (分)	温度 (°C)	圧力 (MPa)	時間 (時間)	温度 (°C)	真空度 (Pa)	時間 (時間)	温度 (°C)	真空度 (Pa)	時間 (時間)
1-1	DyH ₂ 1.0	820	0.03	8	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑
1-2	DyH ₂ 0.1	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑
1-3	Nd70Co30 1.0	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑
1-4	Dy70Co30 1.0	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑
2-1	DyH ₂ 0.5	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑
3-1	DyH ₂ 1.0	825	0.03	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑
3-2	NdH ₂ 1.0	825	0.03	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑
3-3	Dy70Co30 1.0	820	0.035	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑
4-1	DyH ₂ 1.0	820	0.04	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑
4-2	Nd70Co30 1.0	800	0.04	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑
4-3	NdH ₂ 1.0	810	0.045	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑
5-1	DyH ₂ 1.0	830	0.035	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑

低温水素化工程: 温度×0.1MPa×1時間

実施例

【0082】

【表3】

	材料 No.	担微粉末 (mol%)	高温水素化条件			第1排気条件			混合条件			拡散熱処理条件			脱水素条件 (第2排気条件)		
			温度 (°C)	压力 (MPa)	時間 (時間)	温度 (°C)	压力 (kPa)	時間 (分)	温度 (°C)	压力 (MPa)	時間 (時間)	温度 (°C)	真空度 (Pa)	時間 (時間)	温度 (°C)	真空度 (Pa)	時間 (時間)
1	C-1	-	820	0.03	8	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑
2	C-2	D ₂ H ₂ 4.0	↑	↑	↑	↑	↑	↑	室温	Arガス 0.1	1	↑	↑	↑	↑	↑	↑
3	C-3	D ₂ H ₂ 1.0	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	350	↑	↑	700	↑	↑
4	C-4	D ₂ H ₂ 1.0	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	950	↑	↑	900	↑	↑
5	C-5	D ₂ H ₂ 1.0	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	800	↑	↑	800	↑	↑
6	C-6	-	860	0.08	↑	860	↑	↑	-	-	-	-	-	-	800	↑	1.0
7	C-7	-	↑	0.05	↑	↑	↑	↑	-	-	-	-	-	-	↑	↑	↑

比較例

低温水素化工程: 室温×0.1MPa×1時間

【0083】

【表4】

	試料 No.	異方性磁石粉末				ボンド磁石	備考
		最大エネルギー積 (BH) _{max} (kJ/m ³)	残留磁束密度 Br (T)	保磁力 iHC (kA/m)	異方化率 Br/B _s	永久減磁率 (%)	
実施例	1	1-1	258	1.16	1527	0.83	7
		1-2	309	1.3	1320	0.92	9
		1-3	288	1.27	1114	0.91	12
		1-4	270	1.23	1416	0.87	9
	2	2-1	282	1.24	1209	0.88	10
	3	3-1	255	1.18	1511	0.84	8
		3-2	301	1.32	1090	0.82	10
		3-3	272	1.18	1479	0.84	8.2
	4	4-1	278	1.22	1488	0.87	7.6
		4-2	307	1.34	1106	0.84	8.2
		4-3	271	1.22	1448	0.87	8.1
	5	5-1	246	1.15	1511	0.82	10
比較例	1	C-1	298	1.32	986	0.82	18
	2	C-2	159	0.9	1591	0.64	6
	3	C-3	199	1.12	398	0.8	20
	4	C-4	95	1.02	103	0.73	—
	5	C-5	239/207	1.13/1.04	1488/1138	0.81/0.74	11/20
	6	C-6	95	0.74	1432	0.5	—
	7	C-7	239	1.15	1273	0.82	18

【0084】

【発明の効果】本発明の異方性磁石粉末の製造方法、異方性磁石粉末の原料粉末とその製造方法およびボンド磁石によれば、保磁力に優れた異方性磁石粉末が得られ、また、永久減磁率の低いボンド磁石が得られる。

【図面の簡単な説明】

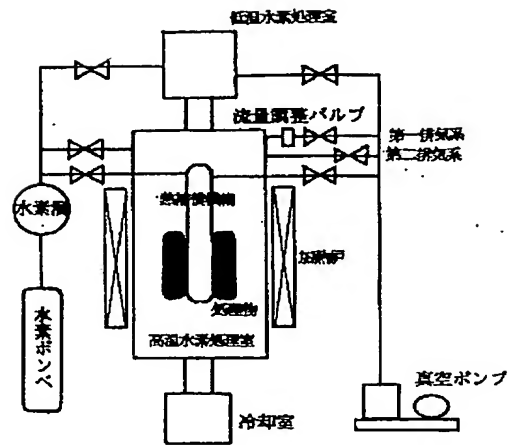
【図1】異方性磁石粉末の原料粉末等の製造に用いた水*

* 素処理炉を模式的に示した図である。

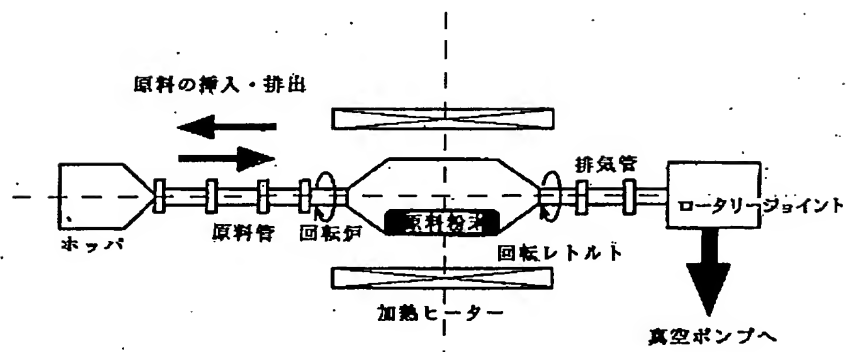
【図2】拡散粉末の混合工程、拡散熱処理工程および脱水素工程を一連の工程として行うことができる回転レトルト炉装置を模式的に示した図である。

【図3】本発明の一実施例である異方性磁石粉末の表面をEPMA観察した写真である。

【図1】



【図2】



【図3】



100 μm

組成 : 1.0mol%Dy 温度 : 1073K (拡散熱処理工程)
 測定粒度 : 75/106 μm 時間 : 3.6ks (脱水素工程)

【手続補正書】

【提出日】平成12年12月19日(2000.12.19)

【手続補正1】

【補正対象書類名】図面

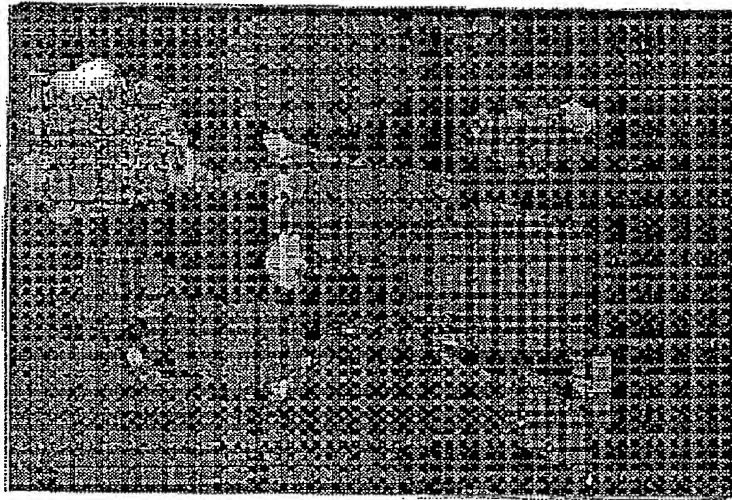
【補正対象項目名】図3

【補正方法】変更

【補正内容】

【図3】

図面代用写真(カラー)



100 μm

組成 : 1.0mol%Dy 温度 : 1073K (拡散熱処理工程)
 測定粒度 : 75/106 μm 時間 : 3.6ks (脱水素工程)

フロントページの続き

(72)発明者 三嶋 千里

愛知県東海市荒尾町ワノ割 1 番地 愛知製
鋼株式会社内

Fターム(参考) 5E040 AA04 AA20 CA01 HB09 HB11

HB17 NN18

5E062 CD04 CE01 CF02 CG01 CG03

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.